

Process for producing spheroidal metal particles

Patent Number: ☐ US4744821
Publication date: 1988-05-17
Inventor(s): OHE JUNYA (JP); YABUKI RITSUE (JP)
Applicant(s): MITSUBISHI METAL CORP (JP)
Requested Patent: ☐ JP60114508
Application Number: US19860909117 19860729
Priority Number(s): JP19830221896 19831125
IPC Classification: B22D23/08
EC Classification: B22F9/08, B22F1/00A2S
Equivalents: AU3784785, ☐ CH665578, ☐ GB2182063, JP1715785C, JP3080841B,
☐ SE8603557

Abstract

PCT No. PCT/JP84/00613 Sec. 371 Date Jul. 29, 1986 Sec. 102(e) Date Jul. 29, 1986 PCT Filed Dec. 24, 1984 PCT Pub. No. WO86/03700 PCT Pub. Date Jul. 3, 1986. A process for producing metal granules from a molten metal or molten alloy in a refractory vessel by dropping small globules of the melt into a coolant through a small-diameter nozzle provided at the bottom of said refractory vessel is disclosed. The nozzle has one or more vertical holes of an inside diameter of 0.3 to 3.0 mm; the globules of the melt emerging from said nozzle are dropped into a two-layered cooling medium composed of an overlying oil layer having a viscosity grade of 10-680 according to the ISO VG and underlying water layer; said globules are solidified and cooled as they pass through said cooling medium. Spherical metal particles having a uniform size can be produced efficiently in a high yield.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭60-114508

⑬ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和60年(1985)6月21日

B 22 F 9/08

7141-4K

審査請求 有 発明の数 1 (全7頁)

⑮ 発明の名称 球状金属粒の製造方法

⑯ 特 願 昭58-221896

⑰ 出 願 昭58(1983)11月25日

⑱ 発 明 者 矢 吹 立 衛 岩槻市諏訪2丁目3番地30号

⑱ 発 明 者 大 江 潤 也 大宮市御蔵113番地2号

⑲ 出 願 人 三菱金属株式会社 東京都千代田区大手町1丁目5番2号

⑳ 代 理 人 弁理士 富田 和夫 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

球状金属粒の製造方法

2. 特許請求の範囲

耐火物製容器内の金属(合金をも含む)溶湯を、該耐火物製容器底部に設けた小孔径ノズルから小液滴状に滴下し、冷却材中で凝固させて金属粒を製造する方法において、前記小孔径ノズルとして、内径: 0.3 ~ 3.0 mm ϕ の垂直孔を1又は2以上有するものを使用し、この小孔径ノズルからの金属溶湯滴を、上層が粘度: ISO(国際粘度規格)VG10 ~ 680の油で下層が水である2層形態の冷却液中に落下させ、該液中を通過させて凝固・冷却せしめることを特徴とする球状金属粒の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

この発明は、寸法・形状の整った球状金属(合金をも含む)粒の製造方法に関するものである。

近年、製材用帯鋸等の刃先に、切れ味の向上や寿命延長化のため、例えば超硬チップ(WC-Co焼結合金から成るもの)をろう付けしたり、或いはCo基の表面硬化合金[例えばステライトNo1

(Co-30重量%Cr-12重量%W-2.5重量% C)]等を酸素-アセチレンガスによつて手盛溶接(以下、「ガス盛り溶接」と称する)し、盛金硬化することが一般的になつてきた。

一方、ガソリンエンジンやディーゼルエンジンの排気バルブや吸気バルブの軸端は、バルブの開閉のたびにロッカーアームで叩かれることから特に耐摩耗性を必要とし、そのため、通常は前記ステライトNo1を肉盛溶接してなる盛金硬化がなされているが、近年では、小型エンジン用のバルブのような細くてガス盛り溶接の困難な軸端まで、小量の表面硬化合金を定量ずつ供給して盛金硬化作業を行うことが要求されるようになってきている。

また、他方、鋼合金の連続製造では活性金属の

添加に原料母合金が使用されるが、連続鋳造の場合には溶融金属が炉中で長時間に亘って保持されるので、その表面部で前記活性金属の酸化が起つて成分的な変動を生ずることとなる。従つて、活性金属の酸化損失を補償するため、前記溶融金属中へ少量ずつ一定の割合で、かつ連続的に該活性金属の補充添加を行うことが必要とされている。そして、現状では、活性金属のこのような不足分の補充添加は、板材、塊材、或いは切粉形態のものを秤量して間歇的に手で投入するという方法で行われている。

ところで、最近になつて、製材用の鋸鋸の刃先に表面硬化合金を自動的に肉盛する自動溶接装置が開発され、肉盛・研削仕上げ作業の自動化、省力化が図られるようになってきた。

また、エンジンバルブの軸端の肉盛溶接も自動溶接装置が開発されつつあり、更に、銅合金の連続鋳造に於ける活性金属母合金の添加作業にも自動化の検討が加えられている。

そして、これら各作業の自動化にあつては、

肉盛合金や供給母合金を、粒状や球状のころがりやすい形状とし、これをころがしながら連続的な定量添加を行う方式が最も好ましいものとして採用されつつある。

従つて、表面硬化盛金合金の自動化盛金装置に於ける供給盛金合金の形状は、棒から粒へと変化するようになり、また、銅合金に添加する活性金属母合金も、球状で、かつ一定の重量を持つものへと要望が変わつてきている。

このようなことから、盛金合金や母合金等の供給の自動化推進にあつては、所望寸法でバラツキの無い球状金属粒の製造が必須となるが、このような金属粒の製造方法として、従来、溶湯から金属粒を直接製造する種々の手段が提案され、実際に採用されてもいる。しかしながら、溶湯から球状の金属粒（以下、合金粒をも含む）を製造することは極めて困難なことであり、未だ次の様な各種の問題を解決できずにいたのである。

即ち、金属粒を溶湯から直接的に製造する手段は、銅、鉛及び亜鉛のような低融点金属に主とし

て採用されていたが、その代表的なものとして、多数の小孔を有する受皿（タンデツシュ）に金属の溶湯を注ぎ、その小孔より滴下する溶湯を水中又は粘度の低い油中に落下させて、その中で凝固せしめる方法をあげることができる。

ところが、この方法によつて金属粒を製造する場合には、液滴が涙滴状になつたり大きさが不揃いになつたりする上、液滴が水中又は油中に落下したときに形が崩れたり細かく分散したりするために、所定の大きさの球状の金属粒の収率が余り良くなかつたのである。

更に、ステライト等の表面硬化用合金の様に、高融点で非常に延性の少ない金属にこのような方法を適用すると、急冷による熱歪のために割れるという問題点もあつた。

本発明者等は、上述のような観点から、高融点で、しかも加工性の乏しい金属にも適用でき、かつ所望の大きさの球状金属粒を収率良く製造する方法を見出すべく、特に、溶湯から金属粒を直接的に得る方法の高効率性に着目して、それに使用

する耐火物容器とノズルの構造、加熱溶解・滴下手段、並びに凝固・冷却手段等に関する各種の研究を重ねた結果、以下(a)～(c)に示される如き知見を得るに至つたのである。即ち、

(a) 溶融金属を収容する耐火物容器の底部に、特定内径の垂直孔を1又は2以上有する管状の小孔径ノズルを取り付け、このノズルを介して前記溶融金属を滴下させると、該溶融金属の液滴は涙滴状とならずにほぼ球状となつて落下すること、

(b) ノズルを冷却材に近付けたとしても落下する溶融金属の液滴が冷却材に接した際に或る程度形崩れを起すのは避けられないが、冷却材として通常使用される水の中へ前記液滴を直接落下させた場合には該液滴が急速冷却して崩れた形のままで凝固するのに対して、溶融金属液滴を特定粘度の油中に落下させてこの中で冷却すると、油中では液滴の冷却速度が遅いので、液滴の丸くならうとする力（表面張力）によつて多少の形の崩れは修正されて所望形状の球形に凝固するようになること、

(c) 更に、冷却材として特定粘度の油を使用するだけでなく、該油の下に水層を設けた2層形態の冷却液を冷却材として使用すると、この中に落下する溶融金属の液滴は、まず油層において球状の凝固殻を形成し、次いで水層に達して完全に凝固せしめられるので、冷却槽の深さを浅くすることができ、引け渠が減少して金属粒中への水又は油の侵入も極力抑制でき、更に、油中に落下して凝固を始めた金属粒を、水層を経由させて回収することにより金属粒に付着して冷却槽外に持ち出される油の量が少なくなり、かつ洗浄処理が容易になること。

この発明は、上記知見に基づいてなされたものであり、

耐火物製容器内の金属、又は所定の成分組成に調製された合金溶湯を、該耐火物製容器底部に設けた小孔径ノズルから小液滴状に滴下し、冷却材中で凝固させて金属粒を製造する方法において、前記小孔径ノズルとして、内径：0.3～3.0mmの垂直孔を1又は2以上有するものを使用し、こ

の小孔径ノズルからの金属溶湯を、上層が粘度：ISO (国際粘度規格) VG10～680の油で下層が水である2層形態の冷却液中に落下させ、該液中を通過させて凝固・冷却せしめることにより、整った形状の球状金属粒を収率良く、高効率で製造し得るようにした点、に特徴を有するものである。

なお、この発明の方法において使用する耐火物製容器とは、溶融金属を単に収容・保温するのみのタンデッシュ形式のもの、或いは外側に保温用のカーボン加熱体を備え、かつ高周波誘導加熱によつて収容原料を溶解することが可能なルツボ型形式のものなど、要するに溶融金属を保持し、底部のノズルを介して容器外へ供給し得るものならばいずれをも意味するものである。

また、前記耐火物製容器底部に設ける小孔径ノズルの垂直孔の内径を0.3～3.0mmと限定したのは、該垂直孔の内径が0.3mm未満では溶湯の表面張力のために該溶湯を加圧したとしても実用に供する程度のノズルからの流下がなされず、一

方3.0mmを越えると溶湯がノズルから連続的に流出して球状とならず、油層中へ落下しても連続状或いは涙滴状となつて一定形状の金属粒とならないからである。そして、より安定して所望の球状金属粒を得るためには、ノズルの垂直孔の内径を0.5～2.0mm程度に調整するのが好ましく、また作業性や保守管理の面からは、前記ノズルを取換え自在の焼成ノズルとすることが推奨される。なお、ノズル孔が垂直に設けられていないと粒状の液滴を得難くなることは前述した通りである。

更に、冷却材として使用する油の粘度をISO VG10～680と限定したのは、油の粘度がISO VG10未満では粘性不足のために溶融金属の液滴が油層を通過する速度が速く、形の崩れた液滴が球状に整形されて凝固殻を形成するのに必要な油層厚が大きくなり、冷却槽を深くする必要が生じ、一方、ISO VG680を越える粘度になると、今度は粘性過多のために液滴を球状に整形できなくなるばかりか、金属粒による油の水層への持ち込みが多くなつて好ましくないとの理

由からである。もちろん、金属粒が油層に留まるような流動性の無い油は使えない。

出来れば、冷却油は、ISO VG10～680の粘度のものが、より好ましくはISO VG32～460 (SAE10W～SAE140に相当)の粘度を有するものが推奨される。

冷却材として使用される油の粘度が上述した範囲の値であれば所望の球形状に溶融金属液滴を凝固させることができるが、作業性等を考慮すれば引火点：150℃以上（出来れば、200℃以上）の潤滑油（自動車用、船舶用、工業用、一般用を問わない）を使用するのが好ましい。これは、溶湯を保持する耐火物製容器が冷却液たる油の面と近いので、油の引火の危険を防止するためである。

もつとも、引火点がこれよりも低い油の場合には（もちろん、安全を期して、引火点：150℃以上の油の場合でも良い）、油層の表面を不活性ガス又は炭酸ガス雰囲気で被つて作業を行うことにより油の引火を防止することができる。

また、油層の厚さは、溶融金属の液滴が該層を

通過する間にその表面に球状の殻を形成し得る程度の厚さで良く、もちろん、油層中で液滴が完全に凝固してもかまわない。

ところで、以上述べたようなノズル垂直孔の内径の値、冷却油の粘度範囲等は、ステライトのような表面硬化用肉盛合金や銅母合金等の球状粒の製造のみに適合するのではなく、その他の各種金属又は合金の球状粒を確実に形成するための条件ともなっていることはもちろんである。

そして、耐火物製容器及びノズルの材質としては、アルミナ、マグネシア及びジルコニア等、一般に溶融金属の取扱い材料として知られているものであればいずれをも使用可能であり、その粒度も金属の種類や製造する金属球状粒の大きさ等によつて適宜選択することができる。

第1図は、この発明の方法を実施する際に使用する耐火物製容器の1例を示す概略縦断面構成図である。

第1図で示される耐火物製容器は、底部に、アルミナ製でかつ複数の垂直孔1を有する小孔径ノ

ズル2を設けたアルミナルツボ3から成るものであり、該ルツボ3はその外側をカーボン製の加熱体4で囲まれ、しかも高周波誘導加熱コイル5の中に位置せしめられている。なお、符号6で示されるものは、カーボン製加熱体4及び高周波誘導加熱コイル5の保持と、輻射熱の断熱を行うためのアルミナ耐火物である。

さて、金属粒の製造に際しては、予め目的の成分組成に溶製された原料合金7をルツボ3内に装入し、高周波誘導コイル5で加熱溶融させて、小孔径ノズル2の下端より液滴8として冷却液中に落下させるのである。

また、第2図は耐火物製容器の別の例を示すものであり、ノズルの垂直孔の径が極く小さいものの場合に適用されるものである。主要部は第1図で示されるものと同様に構成されているが(第2図において、第1図におけると同様の機能を有するものには同じ符号を付した)、この例では、ルツボ3の開口部は、不活性ガス(還元性ガスを含む)の漏れ止め用耐火物ウール9を介して、不

活性ガス(含、還元性ガス)の注入口10を有する蓋11で密閉されている。従つて、溶融された原料合金7を不活性ガスによつて加圧することができるので、例えば小孔径ノズル2の垂直孔1の径が小さくても液滴をスムーズに落下させることが可能である。

次に、この発明を、実施例により比較例と対比しながら説明する。

実施例

まず、第1表に示す成分組成をもつた市販の表面硬化合金A及びB、並びに成分調整用母合金Cの、直径：4.8mmφの丸棒と15mm×10mmの角材とを用意した。

そして、これらの原材料の各1kgずつを、第3図に示される如き装置を用いて溶解し、冷却液中に滴下してそれぞれの球状合金粒を製造した。

第3図に示された装置のうち、耐火物製容器部についてはノズルの垂直孔が1つである他は第1図で示したものと同様であり(各部の符号は、第1図におけると同様のものを示している)、液滴

合金 種別	化 学 成 分 (重 量 %) (個)									備 考
	C	Cr	Fe	W	Si	B	Co+不純物	Ni+不純物	Cu+不純物	
A	2.51	30.04	—	12.01	1.02	—	残	—	—	Co-W合金
B	0.76	15.02	4.15	—	4.05	3.48	—	残	—	Ni-B合金
C	—	—	—	—	—	1.76	—	—	残	Cu-B合金

第 1 表

合金 種別	平均重量 (個)	重 量 分 布 (個)						
		154~182 μ	183~242 μ	243~285 μ	286~328 μ	360~504 μ	505~540 μ	541~567 μ
A	212.4	2	92	6	0	—	—	—
B	251.6	1	22	70	7	—	—	—
C	501.7	—	—	—	—	13	73	14

第 2 表

	ノズルの垂直孔の内径 (mm)					
	0.1	0.3	0.7	1.5	3.0	4.0
滴下状態	滴下せず (加圧)	良好 (加圧)	良好	良好	良好	速脱液出 涙滴状
平均重量 μ	—	142	201	368	526	—
重量分布	—	良好	良好	良好	良好	—

第 3 表

の落下・凝固部は次のようになっている。即ち、アルミナ耐火物 6 の下部には、加熱体の輻射熱による冷却油 12 の温度上昇を防止するための断熱用水冷盤 13 が設けられており、この断熱用水冷盤 13 は冷却油 12 の引火を防ぐための不活性ガスを導入する不活性ガス注入口 14 を備えている。

断熱用水冷盤 13 に続いて、冷却筒 15 と球状金属粒受容器 16 とが配置されており、冷却筒 15 内には冷却油 12 と冷却水 17 とが 2 層状態に收容されている。なお、符号 18 で示されるものは冷却油 12 の温度上昇を抑えるための水冷蛇管であり、符号 19 で示されるものは球状金属粒である。

更に、この実施例においては、前記第 1 表に示した合金毎に、垂直孔径がそれぞれ、

合金 A … 0.6 mm ϕ ,

合金 B … 0.7 mm ϕ ,

合金 C … 1.5 mm ϕ ,

の小孔径ノズルを適用し、冷却油としては粘度がそれぞれ、

合金 A … ISO VG 32,

合金 B … ISO VG 220,

合金 C … ISO VG 460,

の潤滑油を使用した。

小孔径ノズルから滴下し、潤滑油と水の 2 層を通過して凝固・冷却したそれぞれの球状合金粒から無作為に抽出した 100 個の合金粒の平均重量及び重量の分布を調べた結果を第 2 表に示した。

第 2 表に示される結果からも、本発明の方法によれば、重量分布が非常に良好で、かつ殆んど球状に近い合金粒の得られることが明らかで、またノズルの垂直孔径と重量分布の関係も明白である。

次いで、合金 A について、ノズルの垂直孔径を 0.1 mm ϕ , 0.3 mm ϕ , 0.5 mm ϕ , 0.6 mm ϕ , 0.7 mm ϕ , 0.8 mm ϕ , 1.0 mm ϕ , 1.5 mm ϕ , 2.0 mm ϕ , 3.0 mm ϕ 及び 4.0 mm ϕ と変えて合金粒の製造を行い、第 3 表に示されるような結果を得た。

第 3 表に示される結果からは、ノズルの垂直孔径が 0.1 mm ϕ では溶湯が流出せず (Ar ガスで加圧しても流出しなかつた)、一方 4.0 mm ϕ では溶湯

が連続的に流出してしまつて、製品粒の形状が連珠状や涙滴状になり、加えて潤滑油の温度上昇による粘度の低下と引火の危険を伴うことから実用的でないことがわかつた。

このことから、小孔径ノズルの垂直孔の内径を0.3～3.0 mm ϕ にする必要のあることが確認された。

上述のように、この発明によれば、所望の大きさの球状金属粒を比較的簡単・容易に、かつ収率良く生産することができ、製材用帯鋸の刃先への自動肉盛用ショット、エンジンバルブ軸端への自動肉盛用ショット、或いは銅合金連続鋳造時の活性金属母合金等の自動添加用ショット等、汎用球状金属粒の高能率生産が可能となるなど、工業上有用な効果をもたらされるのである。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明で使用する溶融金属滴下装置（耐火物製容器）の1例の縦断面概略模式図、第2図は本発明で使用する溶融金属滴下装置の他の

例を示す縦断面概略模式図、第3図は本発明の実施例において使用した球状金属粒製造装置の縦断面概略模式図である。

図面において、

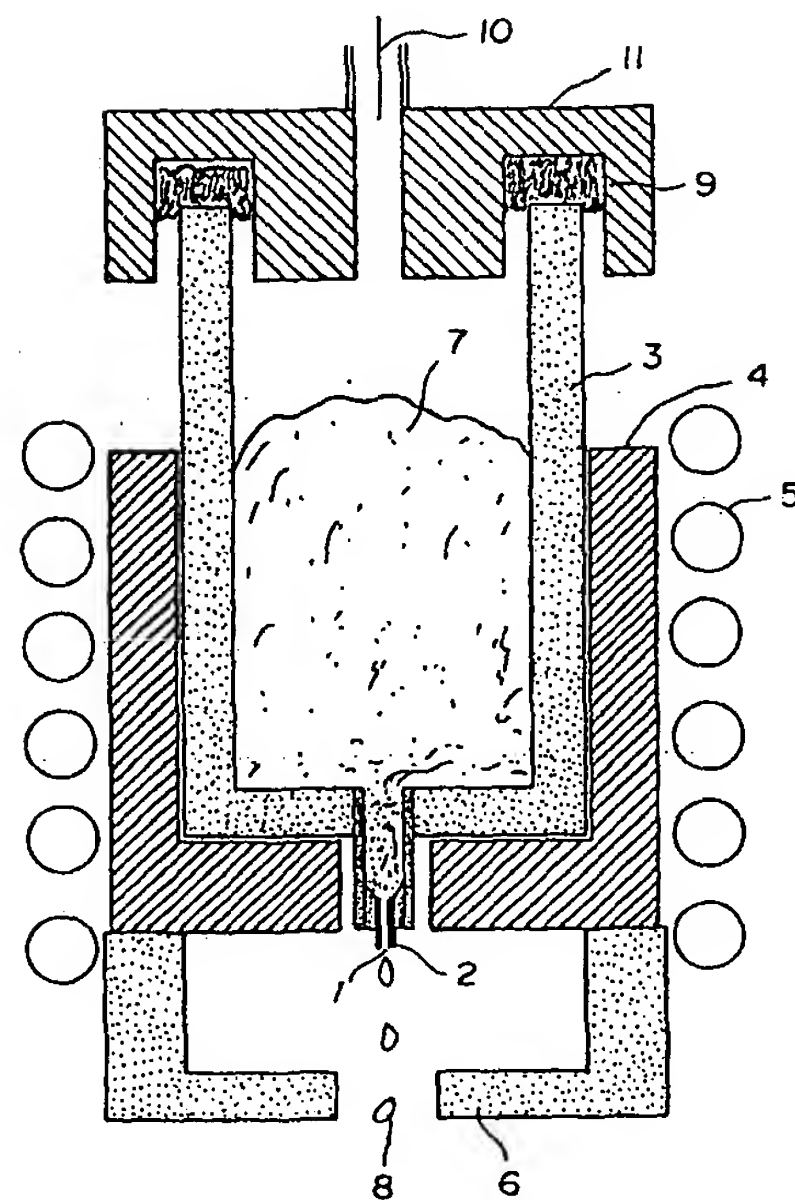
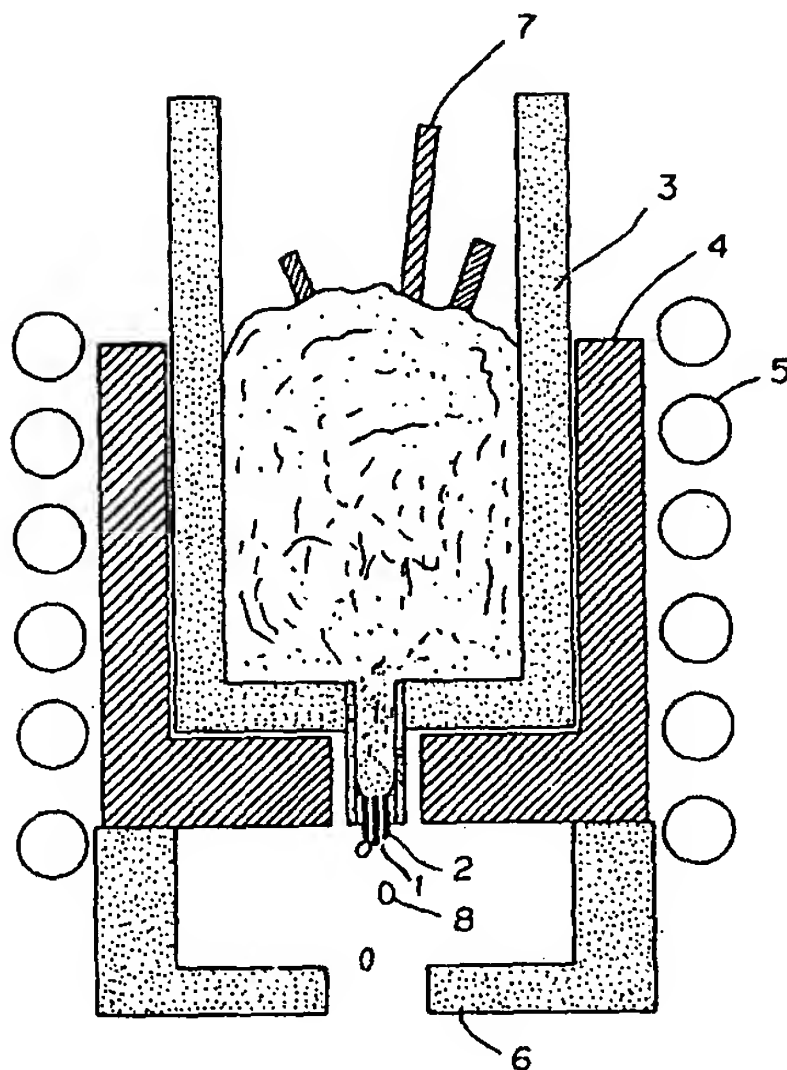
- | | |
|--------------|-------------|
| 1…垂直孔 | 2…小孔径ノズル |
| 3…ルツボ | 4…カーボン質加熱体 |
| 5…高周波誘導加熱コイル | |
| 6…アルミナ耐火物 | |
| 7…原料合金 | 8…液滴 |
| 9…耐火物ウール | |
| 10…不活性ガス注入口 | |
| 11…蓋 | 12…冷却油 |
| 13…断熱用水冷盤 | |
| 14…不活性ガス注入口 | |
| 15…冷却筒 | 16…球状金属粒受容器 |
| 17…冷却水 | 18…水冷蛇管 |
| 19…球状金属粒。 | |

出願人 三菱金属株式会社

代理人 富田和夫 ほか1名

第2図

第1図



第 3 図

